

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特願2003-96433

(P2003-96433A)

(43) 公開日 平成15年4月3日 (2003.4.3)

(51) Int.Cl'	識別記号	F I	マークコード (参考)
C 09 K 3/00		C 09 K 3/00	R 4 G 0 6 9
B 01 J 21/06		B 01 J 21/06	M 4 J 0 3 7
23/30		23/30	M 4 J 0 3 8
35/02		35/02	J
C 09 D 1/00		C 09 D 1/00	

審査請求 未請求 請求項の数17 OL (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-349770 (P2001-349770)	(71) 出願人	000002093 住友化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
(22) 出願日	平成13年11月15日 (2001.11.15)	(72) 発明者	酒谷 能影 愛媛県新居浜市惣閑町5番1号 住友化学 工業株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願2001-219492 (P2001-219492)	(72) 発明者	小池 宏信 愛媛県新居浜市惣閑町5番1号 住友化学 工業株式会社内
(32) 優先日	平成13年7月19日 (2001.7.19)	(74) 代理人	100093285 弁理士 久保山 鹿 (外2名)
(33) 優先権主張国	日本 (JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックス分散液、その製造方法ならびにそれを用いる親水化剤および光触媒機能製品

(55) 【要約】

【課題】 親油性物質で汚染されても光照射によって容易に親水性を回復する塗布膜が形成できるセラミックス分散液、その製造方法ならびにそれを用いる親水化剤および光触媒機能製品を提供する。

【解決手段】 セラミックス、分散媒ならびに、カルボン酸、カルボン酸アノニウム、カルボン酸のIa族金属塩、カルボン酸のIIa族金属塩、カルボン酸のIIIa族金属塩、カルボン酸のVa族金属塩、カルボン酸のVla族金属塩、カルボン酸のVIIa族金属塩、カルボン酸のVIII族金属塩、カルボン酸のIb族金属塩、カルボン酸のIIb族金属塩、カルボン酸のIIIb族金属塩、カルボン酸のIVb族金属塩およびカルボン酸のランタノイド塩から選ばれるカルボン酸系化合物を含むことを特徴とするセラミックス分散液。

(2)

特開2003-96433

2

【特許請求の範囲】
 【請求項1】 セラミックス、分散媒ならびに、カルボン酸、カルボン酸アンモニウム、カルボン酸のIa族金属塩、カルボン酸のIIa族金属塩、カルボン酸のIIIa族金属塩、カルボン酸のVa族金属塩、カルボン酸のTa族金属塩、カルボン酸のVIIa族金属塩、カルボン酸のVIIb族金属塩、カルボン酸のIb族金属塩、カルボン酸のIIb族金属塩、カルボン酸のIIIb族金属塩、カルボン酸のIVb族金属塩、カルボン酸のVIIa族金属塩から選ばれるカルボン酸系化合物を含むことを特徴とするセラミックス分散液。

【請求項2】 カルボン酸系化合物が、酢酸、藤酸アンモニウム、藤酸水素アンモニウム、藤酸リチウム、藤酸水素リチウム、藤酸ナトリウム、藤酸水素ナトリウム、藤酸カリウム、藤酸水素カリウム、藤酸マグネシウム、藤酸カルシウム、藤酸ストロンチウムまたは藤酸バリウムである請求項1記載のセラミックス分散液。

【請求項3】 波長800nmにおける透過率をT₁(%)とし、波長400nmにおける透過率をT₂(%)としたとき、下式(I)

$$X = T_1 / T_2 \quad (I)$$

で示される指數Xが0.175以下である請求項1または2記載のセラミックス分散液。

【請求項4】 透過スペクトルを測定したときの、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率の積算値をAとし、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率の積算値をBとしたとき、下式(II)

$$Y = A / B \quad (II)$$

で示される指數Yが0.4以下である請求項1～3のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項5】 透過スペクトルを微分して得られる1次微分スペクトルについて、そのスペクトル強度が極大となる波長が400～760nmにある請求項4記載のセラミックス分散液。

【請求項6】 セラミックスが平均粒子径500nm以下の粒子である請求項1～5のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項7】 セラミックスが酸化チタンである請求項1～6のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項8】 酸化チタンは、それをX線光電子分光法により4回分析してそれぞれ求められるチタンの電子状態についてのスペクトルのうち、結合エネルギー458eV～460eVにあるピークについて、1回目と2回目の分析のスペクトルにあるピークの半価幅の平均値をCとし、3回目と4回目の分析のスペクトルにあるピークの半価幅の平均値をDとしたとき、下式(III)

$$Z = D / C \quad (III)$$

により算出される指數Zが0.97以下である請求項7記載のセラミックス分散液。

【請求項9】 酸化チタンは、その紫外可視拡散反射吸

ベクトルにおいて、波長250nm～550nmでのスペクトルの吸光度の積算値をEとし、波長400nm～550nmでのスペクトルの吸光度の積算値をFとしたとき、下式(IV)

$$W = F / E \quad (IV)$$

で示される指數Wが0.075以上である請求項7または8記載のセラミックス分散液。

【請求項10】 酸化チタンは、その結晶構造がアナターゼ型である請求項7～9のいずれか1項に記載のセラミックス分散液。

【請求項11】 カルボン酸、カルボン酸アンモニウム、カルボン酸のIa族金属塩、カルボン酸のIIa族金属塩、カルボン酸のIIIa族金属塩、カルボン酸のVa族金属塩、カルボン酸のVIIa族金属塩、カルボン酸のVIIb族金属塩、カルボン酸のIVb族金属塩、カルボン酸のVIIa族金属塩から選ばれるカルボン酸系化合物の水和物および無水カルボン酸から選ばれるカルボン酸系化合物とセラミックスと分散媒とを混合し、得られる混合物に分散処理を施すことを特徴とするセラミックス分散液の製造方法。

【請求項12】 分散媒がカルボン酸系化合物を溶解するものである請求項11に記載の方法。

【請求項13】 分散処理がセラミックス主成分の結晶構造を実質的に変えることなく行われる請求項11または12記載の方法。

【請求項14】 セラミックスが酸化チタンである請求項11～13のいずれか1項に記載の方法。

【請求項15】 請求項1～10のいずれか1項に記載のセラミックス分散液からなる親水化剤。

【請求項16】 塗布膜の表面にオレイン酸含有アセトニン溶液を塗布し、乾燥した後、温度25℃の空気中で波長430nm以下の光をカットした500Wキセノンランプから照射される可視光線を24時間照射したとき、該表面の水との接触角が45°以下となる塗布膜を有する光触媒機能製品。

【請求項17】 可視光線を24時間照射したとき、塗布膜表面の水との接触角が35°以下である請求項16記載の光触媒機能製品。

40 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミックス分散液、その製造方法ならびにそれを用いる親水化剤および光触媒機能製品に関するものである。このセラミックス分散液は、各種材料へ親水性等を付与するために利用されるものである。

【0002】

【従来の技術】これまでに種々のセラミックス分散液が報告されている。特に近年、各種材料の表面を光触媒的に親水性にする方法およびそのときに用いる分散液が注

(3)

特開2003-96433

3
目されている。ここで、「光触媒的に親水性にする」とは、材料表面にある塗布膜中の触媒を光照射により活性化して、塗布膜をそれ自身親水性とするか、塗布膜表面にある低親水性物質（親油性物質等）を分解して塗布膜の親水性を回復させるか、またはこれらの両方を行うことを意味する。このような塗布膜を形成するものとして、例えば、WO96/29375公報には、チタニアゾルとシリカゾルを混台して得られる光触媒用酸化チタンコーティング液が記載されている。また、親水性膜を形成するための光触媒用酸化チタンコーティング液も市販されている。ところが、従来公知の光触媒用酸化チタンコーティング液から得られる塗布膜は、殺菌灯のような特殊な光源を用いる光照射により、ある程度の親水性を有して防壁効果や自己洗浄効果を示すものの、親油性物質の汚染が塗布膜全面にまで一旦広がると、親水性を回復するまでに長時間が必要となる問題があり、さらなる改良が要望されていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】そこで本発明者らは、親油性物質で汚染されても光照射によって容易に親水性を回復する塗布膜が形成できるセラミックス分散液を開発すべく、研究を行った結果、ある種の有機酸を含むセラミックス分散液からは、塗布膜全面が親油性物質で汚染された場合でも、光照射により親水性を回復して、持続的に親水性を示す塗布膜が形成できること、さらにはこの有機酸を含み、特定のセラミックスを分散させる分散液からは、殺菌灯のような特殊な光源を用いとも屋内照明装置の光照射だけで高い親水性を示す塗布膜が形成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0004】

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、第1に、セラミックス、分散媒ならびに、カルボン酸、カルボン酸アンモニウム、カルボン酸のIa族金属塩、カルボン酸のIIa族金属塩、カルボン酸のIIIa族金属塩、カルボン酸のVa族金属塩、カルボン酸のVIa族金属塩、カルボン酸のVIIa族金属塩、カルボン酸のVIIb族金属塩、カルボン酸のIb族金属塩、カルボン酸のIIb族金属塩、カルボン酸のIIIb族金属塩、カルボン酸のIVb族金属塩およびカルボン酸のランタノイド塩から選ばれるカルボン酸系化合物を含むことを特徴とするセラミックス分散液を提供するものである。

【0005】本発明は、第2に、カルボン酸、カルボン酸アンモニウム、カルボン酸のIa族金属塩、カルボン酸のIIa族金属塩、カルボン酸のIIIa族金属塩、カルボン酸のVa族金属塩、カルボン酸のVIa族金属塩、カルボン酸のVIIa族金属塩、カルボン酸のVIIb族金属塩、カルボン酸のIb族金属塩、カルボン酸のIIb族金属塩、カルボン酸のIIIb族金属塩、カルボン酸のIVb族金属塩、カルボン酸のランタノイド塩、これらのカルボン酸塩の水和物および無水カルボン酸から選ばれるカルボン酸系化合物

4

物とセラミックスと分散媒とを混合し、得られる混合物に分散処理を施すことを特徴とするセラミックス分散液の製造方法を提供するものである。

【0006】本発明は、第3に、上記のセラミックス分散液からなる親水化剤を提供するものである。

【0007】このようなセラミックス分散液ないしは親水化剤を基材上に塗布して得られる塗布膜は、親油性物質で汚染されても、従来なく容易に親水性を回復するものとなる。そこで本発明によれば、塗布膜の表面にオレイン酸含有アセトン溶液を塗布し、乾燥した後、温度25°Cの空気中で波長430nm以下の光をカットした500Wキセノンランプから照射される可視光線を24時間照射したとき、該表面の水との接触角が45°以下となる塗布膜を有する光触媒機能製品も提供される。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明のセラミックス分散液は、分散媒中にセラミックスが分散したものであって、さらにカルボン酸系化合物を含むものである。この分散液中に含有させるカルボン酸系化合物は、例えば、キ酸、酢酸、プロピオン酸のようなモノカルボン酸、蔥酸、グルタル酸、コハク酸、マロン酸、マレイン酸、アジピン酸のようなジカルボン酸、ケエン酸のようなトリカルボン酸、酢酸アンモニウム、蔥酸アンモニウム、蔥酸水素アンモニウム、ケエン酸アンモニウム、ケエン酸水素アンモニウムのようなカルボン酸アンモニウム、蔥酸リチウム、蔥酸水素リチウム、蔥酸ナトリウム、蔥酸水素ナトリウム、蔥酸カリウム、蔥酸水素カリウムのようなカルボン酸のIa族金属（アルカリ金属）塩、蔥酸マグネシウム、蔥酸カルシウム、蔥酸ストロンチウム、蔥酸バリウムのようなカルボン酸のIIa族金属（アルカリ土類金属）塩、蔥酸イットリウムのようなカルボン酸のIIIa族金属塩、蔥酸バナジウム、蔥酸ニオブ、蔥酸タンタルのようなカルボン酸のVa族金属塩、蔥酸クロム、蔥酸モリブデン、蔥酸タンゲスタンのようなカルボン酸のVIa族金属塩、蔥酸マンガンのようなカルボン酸のVIIa族金属塩、蔥酸鉄、蔥酸錫アンモニウム、蔥酸コバルト、蔥酸ニッケル、蔥酸ルテニウム、蔥酸ロジウム、蔥酸パラジウム、蔥酸オスミウム、蔥酸イリジウム、蔥酸白金のようなカルボン酸のVIb族金属塩、蔥酸銅、蔥酸銀、蔥酸金のようなカルボン酸のIb族金属塩、蔥酸亜鉛のようなカルボン酸のIIb族金属塩、蔥酸アルミニウム、蔥酸ガリウム、蔥酸イリジウムのようなカルボン酸のIIIb族金属塩、蔥酸ゲルマニウム、蔥酸錫、蔥酸鉛のようなカルボン酸のIVb族金属塩、蔥酸ランタン、蔥酸セリウム、蔥酸サマリウムのようなカルボン酸のランタノイド塩等である。また、セラミックスおよび分散媒と混合して分散液を製造するにあたっては、カルボン酸系化合物として、上記各化合物のほか、分散媒中でこれらとなり得る化合物、例えば、上記カルボン酸塩の水和物やカルボン酸無水物を用いるこ

(4)

特開2003-96433

5

ともできる。カルボン酸塩の水和物を用いた場合、分散媒中にはカルボン酸塩が含まれることになり、またカルボン酸無水物を用いた場合、分散媒中にはカルボン酸が含まれることになる。このようなカルボン酸系化合物を含むことにより、セラミックス分散液は高い親水性を示す塗布膜、すなわち塗布膜全面が親油性物質で汚染された場合でも、光照射により親水性を回復して、持続的に親水性を示す塗布膜を形成することが可能となる。

【0009】セラミックス分散液に含まれるカルボン酸系化合物の量は、分散液中のセラミックスに対して、通常0.005モル倍以上である。カルボン酸系化合物の量が多いほど、分散液中のセラミックスの分散安定性が向上し、かつ得られる塗布膜の親水性が向上するので好ましく、例えれば、0.1モル倍以上、さらには0.03モル倍以上であることが好ましい。一方、カルボン酸系化合物の量があまり多くなると、量に見合う親水性向上の効果が得られないばかりか、得られる塗布膜の親水性が低下するがあるので、0.00モル倍以下、さらには5モル倍以下であることが適当である。

【0010】また本発明のセラミックス分散液は、波長800nmにおける透過率をT₁(%)とし、波長400nmにおける透過率をT₂(%)としたとき、下式(1)

$$X = T_1 / T_2 \quad (1)$$

で示される指數Xが0.175以下、さらには0.16以下、とりわけ0.14以下であることが好ましい。指數Xが0.175以下であることをも具備するセラミックス分散液を用いることにより、可視光線の照射に対して光触媒的に高い親水性を示す塗布膜を得ることができる。なお、透過率T₁、T₂は、紫外可視分光光度計を用いて、固形分濃度0.2重量%に調整したセラミックス分散液の透過スペクトルを測定し、このスペクトルの波長400nm、800nmにおける透過率を読み取ることにより求めることができる。

【0011】前記指數Xは、セラミックス分散液の透過率特性を表す指標であり、指數Xが小さいことは、波長400nmにおける透過率が小さく、800nmにおける透過率が大きいことを意味する。なお、セラミックスの濃度によって、その分散液の各波長における透過率自体は変化するが、濃度が変わっても、2点の波長における透過率の比は概ね一定であり、上記の指數Xも、塗布に適用できる濃度の範囲(道富0.1~3.0重量%)であれば、その濃度変化によらず、概ね一定となる。

【0012】さらに本発明のセラミックス分散液は、透過スペクトルを測定したときの、波長400nm~420nmでのスペクトルの透過率の積算値をAとし、波長780nm~800nmでのスペクトルの透過率の積算値をBとしたときに、下式(II)

$$Y = A / B \quad (II)$$

で示される指數Yが0.4以下、さらには0.3以下、

6

とりわけ0.2以下であることが好ましい。前記指數Yがり、4以下であることをも具備するセラミックス分散液を用いることにより、可視光線の照射に対して光触媒的に高い親水性を示す塗布膜を得ることができる。透過率の積算値とは、縦軸に透過率、横軸に波長をとった透過スペクトルにおいて、指定された波長の範囲内で縦軸と透過スペクトルとで囲まれた領域の面積を意味し、例えれば、透過率の積算値A、Bは、紫外可視分光光度計を用いて、固形分濃度0.2重量%に調整したセラミックス分散液の透過スペクトルを測定し、このスペクトルの波長400~420nmでのスペクトルの透過率および780~800nmでの透過率をそれぞれ積算して求めることができる。

【0013】本発明のセラミックス分散液は、上の透過スペクトルを波長について微分して得られる1次微分スペクトル(以下、透過1次微分スペクトルといふ。)のスペクトル強度が極大となる波長が400nm以上、さらには450nm以上、とりわけ480nm以上、また760nm以下、さらには720nm以下、とりわけ670nm以下にあるものが好ましい。このような極大となる波長が特定範囲にある分散液を用いることにより、可視光線の照射に対して優れた光触媒活性を示す塗布膜を形成することができる。

【0014】本発明において、分散しているセラミックスは平均粒子径50.0nm以下の粒子であることが好ましく、さらには20.0nm以下、とりわけ10.0nm以下の粒子であることが好ましい。セラミックスが平均粒子径50.0nmを超える粒子であると、長期間保管したとき、セラミックスが粒化する不具合が生じることがある。セラミックスとしては、例えは、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Tc、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La、Ceのような金属元素の1種または2種以上の酸化物、塗化物、硫化物、酸塗化物または酸硫化物等が挙げられる。中でも、Ti、WまたはNbの酸化物の適用が推奨され、とりわけ、結晶構造がアナ-セ型である酸化チタン[T₂O₃]が好ましい。

【0015】セラミックスが酸化チタンである分散液の場合、分散している酸化チタンは、それをX線光電子分光法により4回分析してそれぞれ求められるチタンの電子状態についてのスペクトルのうち、結合エネルギー458eV~460eVにあるピークについて、1回目と2回目の分析のスペクトルにあるピークの半価幅の平均値をCとし、3回目と4回目の分析のスペクトルにあるピークの半価幅の平均値をDとしたとき、下式(III)

$$Z = D / C \quad (III)$$

により算出される指數Zが0.97以下、さらには0.95以下、とりわけ0.93以下であるものが好まし

(5)

特開2003-96433

8

い。カルボン酸系化合物を含み、かつ特定の指數XおよびYをもつセラミックス分散液であって、分散しているセラミックスが特定の指數乙をもつ酸化チタンであるものを用いることにより、可視光線の照射に対して光触媒的に優れた親水性を示す塗布膜を得ることができる。

【0016】また分散している酸化チタンは、可視光線の照射に対して、より高い光触媒作用を発現し得ることから、紫外可視並散反射スペクトルにおいて、波長250 nm～550 nmでのスペクトルの吸光度の積算値をEとし、波長400 nm～550 nmでのスペクトルの吸光度の積算値をFとしたとき、下式(IV)

$$W = E/F \quad (IV)$$

で示される指數Wが0.075以上、さらには0.11以上、とりわけ0.145以上であるものが好ましい。指數Wが0.075未満の酸化チタンでは、可視光吸収が不十分となり、可視光線の照射に対して十分な光触媒作用を示さないことがある。尚、前記吸光度の積算値とは、横軸に吸光度、横軸に波長をとった紫外可視並散反射スペクトルにおいて、指定された波長の範囲内で横軸と並散反射スペクトルとで囲まれた領域の面積を意味する。

【0017】上で示したアナーゼ型酸化チタンは、例えば、三塩化チタン[TiCl₃]、四塩化チタン[TiCl₄]、硫酸チタン[Ti₂(SO₄)₃·nH₂O, 0≤n≤20]、オキシ硫酸チタン[TiOSO₄·nH₂O, 0≤n≤20]、オキシ塩化チタン[TiOC₂]のようなチタン化合物と、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、アンモニア、ヒドラジン、ヒドロキシルアミン、モノエタノールアミン、非環式アミン化合物、環式脂肪族アミン化合物のような塩基をpH 2～7、好ましくはpH 3～5で反応させ、得られる生成物にアンモニアのような塩基を添加、混合し、熱成した後、この熱成物を洗浄、乾燥し、焼成する方法、またはオキシ硫酸チタンのようなチタン化合物と過酸化水素の混合溶液に、該チタン化合物を水酸化チタンにするための必要量を超える量のアンモニアを混合して反応させた後、この生成物を固液分離して得られる固形物を洗浄、乾燥し、300℃～500℃で焼成する方法等で調製することができる。この酸化チタンには、必要に応じて、タンクステン酸化物、ニオブ酸化物、鉄酸化物、ニッケル酸化物のような固体酸性を示す化合物またはランタン酸化物、セリウム酸化物、亜鉛酸化物のような固体堿基性を示す化合物や、ビスマス酸化物、インジウム酸化物のような化合物を担持してもよい。

【0018】ここでは、分散質が酸化チタン系セラミックスである分散液について詳しく述べたが、分散質として、酸化チタン以外の、例えば酸化ニオブ(Nb₂O₅)、酸化タングステン(WO₃)のようなセラミックスを含む分散液についても、上で示したカルボン酸系

化合物を含むものであれば、同様に、持続的に親水性を示す塗布膜を形成可能なセラミックス分散液として用いることができる。さらに分散質であるセラミックスが上で規定した指數Wを具備するものであれば、可視光線の照射により持続的に親水性を示す塗布膜を形成可能なセラミックス分散液として用いることができる。

【0019】本発明において、前記セラミックスを分散させる分散媒には、例えば、各種の水性媒体、エタノール、メタノール、2-ブロノール、ブタノールのようなアルコール性媒体、アセトン、2-ブタノンのようなケトン性媒体等を適用することができる。用いる分散媒は、セラミックス分散液に含ませるカルボン酸系化合物を溶解するものであることが好ましく、カルボン酸系化合物に応じて適宜選択することが好ましい。セラミックス分散液に含ませるカルボン酸系化合物が藤島の金属塩である場合、その金属塩の多くのものは水溶性であるので、分散媒には水性媒体、具体的には、イオン交換水のような水、過酸化水素水を用いることができる。またその金属塩が水に懸濁性であっても藤島を併用することにより、水に溶解させることができる。

【0020】特定のカルボン酸系化合物を含む本発明のセラミックス分散液は、光照射により親水性を回復して、持続的に親水性を示す塗布膜を形成できるものである。この分散液は、上で示した金属元素の化合物のほか、得られる塗布膜の親水性を向上させる物質、例えば、シリカ(SiO₂)ゾル等を含むものであってもよい。

【0021】本発明のセラミックス分散液は、例えば、セラミックスとカルボン酸系化合物と上で示した分散媒とを混合し、得られる混合物に分散処理を施すことにより得ることができる。

【0022】ここで用いられるセラミックスは、X線回折で求められる結晶構造をもつ、金属元素と酸素、窒素またはイオウとの化合物であればよく、例えば、Ti、Zr、Hf、V、Nb、Ta、Cr、Mo、W、Mn、Te、Re、Fe、Co、Ni、Ru、Rh、Pd、Os、Ir、Pt、Cu、Ag、Au、Zn、Cd、Ga、In、Tl、Ge、Sn、Pb、Bi、La、Ceのような金属元素の酸化物、窒化物、硫化物、酸化物または酸化物等である。これらは1種または2種以上組合せて用いることができる。

【0023】セラミックスと混合されるカルボン酸系化合物には、上で示したモノカルボン酸、ジカルボン酸、トリカルボン酸、カルボン酸アンモニウム、カルボン酸のアルカリ金属塩、カルボン酸のアルカリ土類金属塩、カルボン酸のIII族金属塩、カルボン酸のVa族金属塩、カルボン酸のTa族金属塩、カルボン酸のTia族金属塩、カルボン酸のVIII族金属塩、カルボン酸のIb族金属塩、カルボン酸のIIb族金属塩、カルボン酸のIIIB族金属塩、カルボン酸のIV族金属塩およびカルボン酸のラ

(6)

特開2003-96433

9

ンタノイド塩のほか、これらとなり得る化合物、例えば上のカルボン酸塩の水和物、無水カルボン酸等がある。カルボン酸系化合物の混合塩は、通常、所望とするセラミックス分散液のカルボン酸系化合物含有量に見合う量であればよい。セラミックスを分散させる観点からは、カルボン酸系化合物を多く用いるほど、容易に分散できるので、所望とするセラミックス分散液のカルボン酸系化合物含有量より多くのカルボン酸系化合物を混合して、分散処理を行ってもよい。この場合には、分散処理後、後述するセラミックス分散液中のカルボン酸系化合物の一部を除去する操作を施す。

【0024】分散処理は、例えば、超音波照射による方法、湿式ミルによる方法、または混合物を急速に減圧したり、高速回転する羽根で攪拌して、液中に空洞（キャビティ）を発生させ、その空洞が消滅するときに生じる圧力変化を利用する方法、攪拌羽根やスクリュー等の回転により発生するせん断力で分散する方法等で行うことができる。これらの方法は、単独で行うこともできるし、2以上組合せて行うこともできる。超音波照射による方法の場合、分散処理は、セラミックス1g当たり超音波出力として通常1Wh以上、好ましくは10Wh以上以上、また10kWh以下、好ましくは3kWh以下となる条件で行うことができる。また湿式ミルによる方法の場合、分散媒体としてシリコニア、アルミナのような材質からなるビーズまたはボールを用いることができる。これらの外径は、0.65mm以下、さらには、5mm以下、とりわけ0.3mm以下であることが好ましい。分散処理は、前記セラミックス主成分の結晶構造を実質的に変えることなく、すなわちセラミックス主成分について、相転移させることなくX線回折スペクトルから求められる結晶構造を保持することができる条件で行うことが好ましく、例えば90°C未満の温度で行うことが推奨される。セラミックスの結晶構造を保持する観点からは、低温で分散処理を行うことが好ましく、80°C以下、さらには75°C以下で行うことがより好ましい。一方、分散処理の温度があまり低くなると、得られるセラミックス分散液の安定性が低下することがあるので、10°C以上、さらには20°C以上が適当である。

【0025】分散処理の時間は、分散処理の温度、使用する装置の種類に応じて適宜選択すればよく、通常1分以上、好ましくは1時間以上、また10時間以下、好ましくは24時間以下である。また分散処理は、複数回に分けて行ってもよい。

【0026】分散処理された混合物には、必要に応じて、遠心分離による粗大粒子を除去する操作または希釈によるセラミックス含有量を調整する操作が施される。また、所望とするカルボン酸系化合物含有量に対して過剰のカルボン酸系化合物を用いて分散処理された混合物には、カルボン酸系化合物の一部を除去する操作を施して所定の濃度に調整する。カルボン酸系化合物の除去

10

は、例えば、光照射、加熱、酸化剤もしくは還元剤の添加、イオン交換膜処理、オゾン処理、水熱処理等により行うことができる。さらに、分散処理された混合物には、必要に応じて、酸または塩基を添加することによるpHを調整する操作が施される。このとき用いる酸としては、例えば、塩酸、硝酸、リン酸、硫酸等が挙げられ、塩基としては、例えば、アンモニア、尿素、ヒドラジン、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化セシウム、水酸化ルビジウム等が挙げられる。なお、これらの酸や塩基は、分散処理のとき、添加してもよい。

【0027】分散処理された混合物または任意の前記操作を施された混合物は、セラミックス分散液として使用することができる。分散液のセラミックス含有量は、塗布対象である材料の種類、所望とする塗布膜の厚み等に応じて適宜選択すればよいが、通常は、1重量%以上、30重量%以下であり、好ましくは1重量%以上、10重量%以下である。このセラミックス分散液を硝子、プラスチック、金属、陶磁器のような材料に塗布し、乾燥することにより、材料上にセラミックス塗布膜を形成することができる。

【0028】本発明のセラミックス分散液は、可視光線が当たらない条件で保管することが好ましく、例えば暗室で保管したり、または紫外線および可視光線の透過率が各々10%以下の遮光性容器に入れて保管することが好ましい。本発明のセラミックス分散液を透明ガラス製容器に入れて、照明装置がある屋内に長期間保管した場合には、平滑な塗布膜を形成することが困難になることがある。

【0029】本発明の親水化剤は、カルボン酸系化合物を含む前記セラミックス分散液からなる。

【0030】この親水化剤は、硝子、プラスチック、金属、陶磁器のような材料の表面を親水性にするために有用である。親水化剤は、有効成分が上で示したセラミックス分散液であるものならばよく、その使用方法、目的に応じて前記分散液に含まれるセラミックス以外の無機化合物または前記分散液に含まれるカルボン酸系化合物以外の有機化合物等を含むことができる。これらの無機化合物や有機化合物は、粒状物であってもよいし、液状物であってもよい。前記無機化合物には、吸着剤等があり、具体的にはシリカ、アルミナ、ゼオライト、モレキュラーシーブ、活性炭、マグネシア、リン酸カルシウム、非晶質酸化チタン等がある。前記有機化合物には、結合剤等がある。この親水化剤は、上で示したカルボン酸系化合物を含むセラミックス分散液をそのまま塗布または被覆してもよいし、または塗布、被覆する前に、セラミックス分散液に上で示した無機化合物または有機化合物を混合して使用してもよい。材料表面を親水性にするには、例えば、硝子、プラスチック、金属、陶磁器のような材料の表面に親水化剤を塗布した後、この材料を

(7)

特開2003-96433

11

室温～200°Cの空气中で保持して、材料表面に塗布膜を形成し、この塗布膜に光を照射するか、またはこの材料の表面に80～200°Cの熱風を吹き付けて、材料表面に塗布膜を形成し、この塗布膜に光を照射する。

【0031】本発明の光触媒機能製品は、その表面に親水性の塗布膜を有する。

【0032】この光触媒機能製品が有する塗布膜は、可視光照射により光触媒的に親水性等を示すものであり、具体的には、その表面にオレイン酸含有アセトン溶液を塗布し、乾燥した後、温度25°Cの空気中で波長430nm以下の光をカットした50Wキセノンランプから照射される可視光線を24時間照射したとき、該表面の水との接触角が45°以下、好ましくは35°以下、より好ましくは10°以下となるものである。光触媒機能製品は、たとえセラミックス分散液を塗布、乾燥して得られる塗布膜を有するものであっても、その塗布膜が、上で示した評価方法における接触角が45°を超えると、一般的な居住環境に備え付けられた照明装置による光照射では十分な防墨効果や自己洗浄効果が得られない。

【0033】この光触媒機能製品は、通常、その表面に厚さり、0.2～1μmの塗布膜を有するものであり、塗布膜の厚さは好ましくはり、1～1μmである。この塗布膜が屋内照明装置等の光照射により活性化されることにより、塗布膜は親水性を示して、汚れを防止する。また、窓硝子、鏡、洗面台等に適用する場合には、墨り防止の作用もする。光触媒機能製品は、例えば、市販の窓硝子、鏡または洗面台に上で示したカルボン酸系化合物を含むセラミックス分散液を塗布し、乾燥する方法で得ることができる。塗布は、スピンドル、ディップコート、ドクターブレード、スプレーまたはハケ塗り等により行うことができる。乾燥は、通常、乾燥機で行われるが、分散媒が揮発性の高い溶媒であるセラミックス分散液を用いることにより、風乾で行うこともできる。乾燥温度は、用いるセラミックス分散液の種類により異なり一義的ではないが、通常、室温～200°Cである。

【0034】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明する。本実施例では、酸化チタン分散液について述べるが、本発明は本実施例に限定されるものではない。なお、酸化チタン分散液の透過率、その積算値および透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長ならびに酸化チタンの平均粒子径、結晶構造、X線光電子分光(XPS)スペクトルおよび吸光度の積算値は以下の方法で求めた。

【0035】透過率(%)、透過率の積算値：横1cm、縦1cm、高さ4.5cmの石英製セルの1つに、固形分濃度0.2重量%に調整した試料(酸化チタン分散液)を入れ、同型石英セルの他の1つに水を入れ、両分球を備えた紫外可視分光光度計(商品名“UV-25

12

00PC”、島津製作所製)を用いて、後者のセルを表照セルとし、硫酸バリウムを標準白板として、酸化チタン分散液の透過スペクトルを測定した。このスペクトルから、波長800nmにおける透過率T₁(%)および400nmにおける透過率T₂(%)を求めた。また、波長400nm～420nmでのスペクトルの透過率を積算して積算値Aを求め、波長780nm～800nmでのスペクトルの透過率を積算して積算値Bを求めた。

【0036】透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長(nm)：紫外可視分光光度計(商品名“UV-2500PC”、島津製作所製)付属のソフトウェアを用いて、上で得た透過スペクトルのうち、波長400～760nmのスペクトルを波長λについて△A = 40nmの条件で微分して、透過1次微分スペクトルを求めた。さらに、このソフトウェアを使って、透過1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長を求めた。

【0037】平均粒子径(nm)：サブミクロン粒度分布測定装置(商品名“N4Pi-us”、コールター製)を用いて、試料の粒度分布を測定し、累積50重量%径を求め、これを平均粒子径とした。

【0038】結晶構造：X線回折装置(商品名“RAD-11A”、理学電機製)を用いて、試料のX線回折スペクトルを測定し、そのスペクトルから主成分の結晶構造を求めた。

【0039】XPSスペクトル：X線光電子分光測定装置(商品名“XPS-7000”、理学電機製)を用いて、X線源：MgK α 8kV 30mA ナロースキュー、pass E = 10eV、step E = 0.0304eV、真空度：5 × 10⁻⁶Pa、温度：室温、T：2pピークの位置：C 1s = 284.6eVで補正、サンプルの保持：カーボンテープの使用条件下で、酸化チタンについて、チタンの電子状態を1回あたり60秒で2回分析(1回目、2回目)、酸素の電子状態を1回あたり56秒で2回分析、炭素の電子状態を1回あたり80秒で2回分析、チタンの電子状態を1回あたり60秒で2回分析(3回目、4回目)を順に行って各々XPSスペクトルを求めた。

【0040】吸光度の積算値：酸化チタン分散液を乾燥して得られた酸化チタン粉末について、紫外可視分光光度計(商品名“UV-2500PC”、島津製作所製)を用い、硫酸バリウムを標準白板として、紫外可視光反射スペクトルを測定した。このスペクトルから、波長250nm～550nmでのスペクトルの吸光度を積算して積算値Eを求め、また波長400nm～550nmでのスペクトルの吸光度を積算して積算値Fを求めた。

【0041】実施例1
【酸化チタンの調製】オキシ硫酸チタン(ティカ製)338.8gを水258gに溶解させ、得られた溶液に350重量%過酸化水素水(キシダ化学製)1309gを添

(8)

特開2003-96433

13

加して、混合溶液を調製した。pH電極と、このpH電極に接続され、2.5重量%アンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）を供給してpHを一定に調整する機能を有するpHコントローラーとを備えた反応容器にイオン交換水470.0gを入れた。pHコントローラのpH設定を4とし、水のpHを希硫酸を用いて設定値に調整した。またアンモニア水を供給するときの速度は1.7.9ml/分に設定した。この反応容器では、容器内の液のpHが設定値より低くなると、アンモニア水が供給されはじめ、pHが設定値になるまで前記速度にて連続供給される。この反応容器に、117.1rpmで攪拌しながら、上で得られた混合溶液を14.9ml/分で添加し、pHコントローラにより反応容器に供給されるアンモニア水と反応させて、生成物を得た。このときの反応温度は、23°C～35°Cの範囲であった。得られた生成物を攪拌しながら1時間保持し、ついで2.5重量%アンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）を供給して、スラリーを得た。反応容器に供給されたアンモニア水の合計量は374.6gであり、オキシ硫酸チタンを酸化チタンに変えるために必要な量の2倍であった。上で得られたスラリーを過過し、得られた固体物をイオン交換水で洗浄し、乾燥して、粉末を得た。この粉末を370°Cの空気中で1時間焼成した後、室温まで冷却して、含水率1.5重量%の粒子状アナターゼ型酸化チタンを得た。

【0042】〔酸化チタン分散液の調製〕 蔗酸二水和物 $[(C_6H_5O_7)_2 \cdot 2H_2O]$ （二酸化硫黄自動分析機用試薬、和光純薬工業製）1.58gを水8.8.42gに溶解させ、得られた蔗酸水溶液に上で得られた粒子状アナターゼ型酸化チタン1.0gを混合した。このときの蔗酸二水和物の量は、酸化チタンに対して0.1モル倍であった。この混合物を媒体攪拌式粉碎機（商品名“4TS G-1/8”，五十嵐機械製作所製）を用いて、媒体：外径り、3.0mmのジルコニア製ビーズ、処理温度：20°C、処理時間：3時間の条件で、分散処理して、酸化チタン分散液を得た。この分散液は、固体分濃度が1.0重量%であり、固体分の平均粒子径が82.5nmであり、また固体分は、結晶構造がアナターゼ型である酸化チタンであった。酸化チタン分散液に水を加えて、固体分濃度を0.2重量%に調整した後、分散液の透過スペクトルを測定した。この透過スペクトルを図1に、透過率 T_1 、透過率 T_2 、算算値A、算算値B、指數X（= T_1/T_2 ）および指數Y（= A/B）を表1に示す。また透過1次微分スペクトルを図2に、そのスペクトル強度が極大となる波長を表1に示す。

【0043】上の酸化チタン分散液を150°Cの空気中で乾燥して得られた粉末状酸化チタンについてXPSスペクトルを測定した。1回目と2回目の分析のXPSスペクトルにあるピークの半価幅の平均値C、3回目と4回目の分析のXPSスペクトルにあるピークの半価幅の平均値Dおよび指數Z（= D/C）ならびに1回目と2

14

回目の算算スペクトルのピークの位置および3回目と4回目の算算スペクトルのピークの位置を表2に示す。またこの粉末状酸化チタンについて紫外可視分散反射スペクトルを測定した。このときの吸光度の算算値E、算算値Fおよび指數W（= F/E）を表2に示す。

【0044】〔酸化チタン塗布膜の形成〕上の固体分濃度1.0重量%の酸化チタン分散液を濃度調整して2重量%である酸化チタン分散液を得、これを縦7.6mm、横2.6mm、厚さ1mmのスライド硝子に塗布し、スピニコーター（商品名“1H-D3”，ミカサ製）を用いて、3000rpmで5秒間、次に5000rpmで30秒間回転させて、過剰の分散液を取り除いた後、スライド硝子を110°Cで乾燥した。スライド硝子に分散液を塗布、乾燥する操作を合計2回行って、スライド硝子の片面全体に酸化チタン塗布膜を形成した。その後ブラックライトを照射した後、暗黒下で保管した。

【0045】〔酸化チタン塗布膜の親水性評価〕オレイン酸0.5重量%のアセトン溶液を上で形成した光触媒用酸化チタン塗布膜を有するスライド硝子に塗布し、スピニコーター（商品名“1H-D3”，ミカサ製）を用いて、3000rpmで5秒間、次に7000rpmで60秒間回転させて、過剰のオレイン酸含有アセトン溶液を取り除いた後、スライド硝子を110°Cで乾燥して、試験片を作製した。この試験片について、水滴の接触角を接触角計（CA-A型、協和界面科学製）を用いて測定した。その後、図3に示すように、この試験片1に、500Wキセノンランプ2（商品名“ランプUXL-500SX”，ウシオ電機製）を取り付けた光源装置3（商品名“オプティカルモジュレックスSX-U1500XQ”，ウシオ電機製）に、波長約430nm以下の紫外線をカットするフィルター4（商品名“Y-45”，旭テクノグラス製）と波長約830nm以上の赤外線をカットするフィルター5（商品名“スーパーコードフィルター”，ウシオ電機製）とを装着したものを光源として用いて、25°Cの室温で可視光線を照射した。このとき、試験片1と光源装置付近の鏡6との間隔を10cmとした。12時間および24時間照射後の試験片について、それぞれ、水滴の接触角を測定した。これらの親水性評価結果を表3および図4に示す。

【0046】実施例2
実施例1の〔酸化チタン分散液の調製〕において、蔗酸水溶液に代えて、蔗酸アンモニウム水和物 $[(NH_4)_2C_6O_7 \cdot H_2O]$ （試薬特級、和光純薬工業製）3.56gを水8.6.44gに溶解した蔗酸アンモニウム水溶液90.0gを用いた以外は、実施例1と同様に操作して、酸化チタン分散液を調製した。このときの蔗酸アンモニウム水和物の量は、酸化チタンに対して0.2モル倍であった。この酸化チタン分散液は、固体分濃度が1.0重量%であり、固体分の平均粒子径が172.3nmであり、また固体分は、結晶構造がアナターゼ型で

(9)

特開2003-96433

15

ある酸化チタンであった。この酸化チタン分散液に水を加えて、固形分濃度を0.2重量%に調整した後、分散液の透過スペクトルを測定した。この透過スペクトルを図7に、透過率 T_1 、 T_2 、透過率の積算値A、B、指數Xおよび指數Yを表1に示す。また透過1次微分スペクトルを図6に、そのスペクトル強度が極大となる波長を表1に示す。

【0047】上の酸化チタン分散液を150℃の空気中で乾燥して粉末状酸化チタンを得た。この粉末状酸化チタンについての半価幅C、Dおよび指數Zならびに1回目と2回目の積算スペクトルのピークの位置および3回目と4回目の積算スペクトルのピークの位置を表2に、また吸光度の積算値E、Fおよび指數Wを表2に示す。

【0048】上の酸化チタン分散液を用いた以外は、実施例1の【酸化チタン塗布膜の形成】と同じ操作を行い、スライド硝子の片面全体に酸化チタン塗布膜を形成した。

【0049】酸化チタン塗布膜を形成したスライド硝子について、実施例1の【酸化チタン塗布膜の親水性評価】と同じ方法で評価した。このときの結果を表3および図4に示す。

【0050】実施例3

【酸化チタンの調製】オキシ硫酸チタン（ティカ製）33.88gを水225.8mlに溶解させてオキシ硫酸チタン水溶液を調製した。pH電極と、このpH電極に接続され、2.5重量%アンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）を供給してpHを一定に調整する機能を有するpHコントローラとを備えた反応容器に470.0gのイオン交換水を入れた。pHコントローラのpH設定値を4とし、水のpHを希硫酸を用いて設定値に調整した。またアンモニア水を供給するときの速度は1.8ml/分に設定した。この反応容器では、実施例1の【酸化チタンの調製】のときと同様に、反応容器内の液のpHが設定値より低くなると、アンモニア水が供給されはじめ、pHが設定値になるまで前記速度にて連続供給される。この反応容器に、1.071pmで攪拌しながら、上のオキシ硫酸チタン水溶液を1.2ml/分で添加し、pHコントローラにより反応容器に供給されるアンモニア水と反応させて生成物を得た。得られた生成物を攪拌しながら1時間保持し、ついで2.5重量%アンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）を供給して、スラリーを得た。反応容器に供給されたアンモニア水の合計量は37.46gであり、オキシ硫酸チタンを水酸化チタンに変えるために必要な量の2倍であった。上で得られたスラリーを滤過し、得られた固形物をイオン交換水で洗浄し、乾燥して、粉末を得た。この粉末を425℃の空気中で1時間焼成した後、室温まで冷却して、含水率1.5重量%の粒子状アナーゼ型酸化チタンを得た。

【0051】【金属酸化物の被覆】バラタングステン酸アンモニウム水和物 $(NH_4)_6W_2O_11 \cdot 5H_2O$ 、

16

和光純薬工業製）111.11gを30.89gのイオン交換水に溶解させて、バラタングステン酸アンモニウム水溶液を調製した。このバラタングステン酸アンモニウム水溶液に上で得られた粒子状アナーゼ型酸化チタン80.0gを添加し、常温常圧下で20分間攪拌した。ついで、この混合物を、攪拌しながら、減圧下、55℃～60℃の条件で水分を蒸発させた後、425℃の空気中で1時間焼成して、酸化タンクステン担持酸化チタンを得た。このものは、酸化チタンの上に、該酸化チタンのチタンに対してタンクステン換算で5mol%の酸化タンクステンを有するものである。

【0052】【酸化チタン分散液の調製】実施例1の【酸化チタン分散液の調製】において、粒子状アナーゼ型酸化チタンに代えて、上で得られた酸化タンクステン担持酸化チタン10gを用いた以外は、実施例1と同様に操作して、酸化タンクステン担持酸化チタン分散液を調製した。このときの藤谷二水和物の量は、酸化タンクステン担持酸化チタン中の酸化チタンに対して、1モル倍であった。この分散液は、固形分濃度が1.0重量%であり、固形分の平均粒子径が93.1nmであり、また固形分の主成分は、結晶構造がアナーゼ型である酸化チタンであった。分散液に水を加えて、固形分濃度をり、2重量%に調整した後、分散液の透過スペクトルを測定した。この透過スペクトルを図7に、透過率 T_1 、 T_2 、透過率の積算値A、B、指數Xおよび指數Yを表1に示す。また透過1次微分スペクトルを図8に、そのスペクトル強度が極大となる波長を表1に示す。

【0053】上の酸化タンクステン担持酸化チタン分散液を150℃の空気中で乾燥して、粉末状酸化タンクステン担持酸化チタンを得た。このものについての半価幅C、Dおよび指數Zならびに1回目と2回目の積算スペクトルのピークの位置および3回目と4回目の積算スペクトルのピークの位置を表2に、また吸光度の積算値E、Fおよび指數Wを表2に示す。

【0054】【酸化チタン塗布膜の形成および親水性評価】上の酸化タンクステン担持酸化チタン分散液を用いた以外は、実施例1の【酸化チタン塗布膜の形成】と同じ操作を行い、スライド硝子の片面全体に塗布膜を形成した。

【0055】塗布膜を形成したスライド硝子について、実施例1の【酸化チタン塗布膜の親水性評価】と同様な方法で、光照射前と24時間照射後における水滴の接触角を測定した。このときの結果を表3に示す。

【0056】比較例1

酸化チタンと水のみからなる市販の光触媒用酸化チタンコーティング剤（商品名“TKC-302”、固形分濃度：2.3重量%、分散液中酸化チタンの平均粒子径：5.4nm、ティカ製）について、その固形分濃度を0.2重量%に調整した後、透過スペクトルを測定した。この透過スペクトルを図9に、透過率 T_1 、 T_2 、積算値

(10)

特開2003-96433

17

A. B. 指数Xおよび指数Yを表1に示す。また透過1次微分スペクトルを図10に、そのスペクトル強度が極大となる波長を表1に示す。

【0057】さらに、上記市販の光触媒用酸化チタンコーティング剤(商品名「TKC-302」)を用いた以外は、実施例1の【酸化チタン塗布膜の形成】と同じ操作を行い、スライド硝子の片面全体に酸化チタン塗布膜*

18

*を形成した。こうして酸化チタン塗布膜を形成したスライド硝子について、実施例1の【酸化チタン塗布膜の親水性評価】と同じ方法で評価した。このときの結果を表3および図4に示す。

【0058】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
波長800nmにおける透過率T ₁ (%)	73.88	19.55	56.72	83.29
波長400nmにおける透過率T ₂ (%)	5.48	1.58	1.69	16.25
指数X (=T ₂ /T ₁)	0.074	0.081	0.028	0.123
波長400~420nmでのスペクトルの透過率の算定値A	129.3	38.8	45.3	389.1
波長700~800nmでのスペクトルの透過率の算定値B	1455	373	1164	1654
指数Y (=A/B)	0.029	0.104	0.041	0.235
1次微分スペクトルのスペクトル強度が極大となる波長(nm)	577	488	687	なし

【0059】

※※【表2】

	実施例1	実施例2	実施例3
1回目と2回目の分析スペクトルにおけるt'-1の半価幅の平均値C(eV)	1.51	1.44	1.61
3回目と4回目の分析スペクトルにおけるt'-1の半価幅の平均値D(eV)	1.36	1.37	1.40
指数E (=D/C)	0.90	0.95	0.87
1回目と2回目の積算スペクトルのt'-1の位置(eV)	458.5	458.2	458.9
3回目と4回目の積算スペクトルのt'-1の位置(eV)	458.3	458.1	459.5
250nm~550nmでのスペクトルの吸光度の算定値E	210.4	207.3	216.5
400nm~550nmでのスペクトルの吸光度の算定値F	34.7	30.8	41.8
指数W (=F/E)	0.165	0.149	0.193

【0060】

★★【表3】

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
光照射前の接触角(°)	66	106	64	90
光照射12時間後の接触角(°)	16	56	-	80
光照射24時間後の接触角(°)	5以下	32	24	62

【0061】

50 【発明の効果】本発明のセラミックス分散液および親水

(11)

特開2003-96433

19

化剤によれば、硝子、プラスチック、金属、陶磁器のような材料の表面に親水性を付与することができる。また、本発明のセラミックス分散液の製造方法によれば、前記セラミックス分散液を容易に製造することができる。さらに本発明の光触媒機能製品は汚れにくく、または疊りにくいものであるので、この製品を用いれば洗浄等の回数を低減できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 実施例1で用いた酸化チタン分散液の透過スペクトル。

【図2】 実施例1で用いた酸化チタン分散液の透過1次微分スペクトル。

【図3】 親水性評価のときに用いた光源装置。

【図4】 塗布膜の親水性評価結果。

【図5】 実施例2で用いた酸化チタン分散液の透過スペクトル。

【図6】 実施例2で用いた酸化チタン分散液の透過1次微分スペクトル。

20

* 次微分スペクトル。

【図7】 実施例3で用いた酸化チタン分散液の透過スペクトル。

【図8】 実施例3で用いた酸化チタン分散液の透過1次微分スペクトル。

【図9】 比較例1で用いた光触媒用酸化チタンコーティング剤の透過スペクトル。

【図10】 比較例1で用いた光触媒用酸化チタンコーティング剤の透過1次微分スペクトル。

10 【符号の説明】

1 試験片

2 500Wキセノンランプ

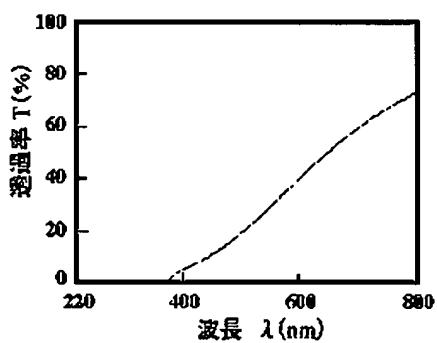
3 光源装置

4 紫外線カットフィルター

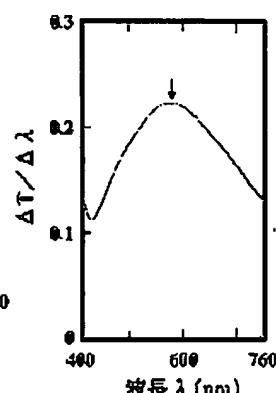
5 赤外線カットフィルター

6 鏡

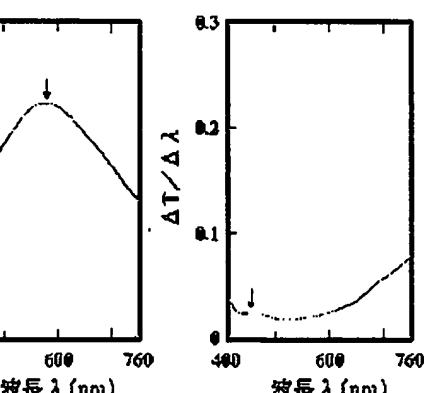
【図1】



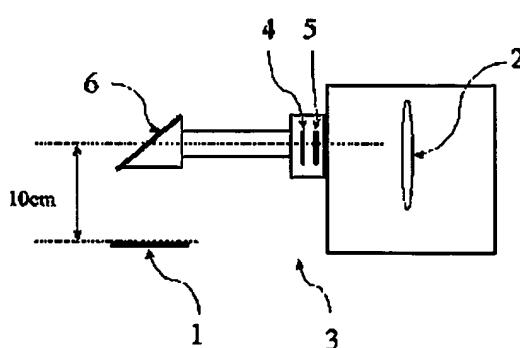
【図2】



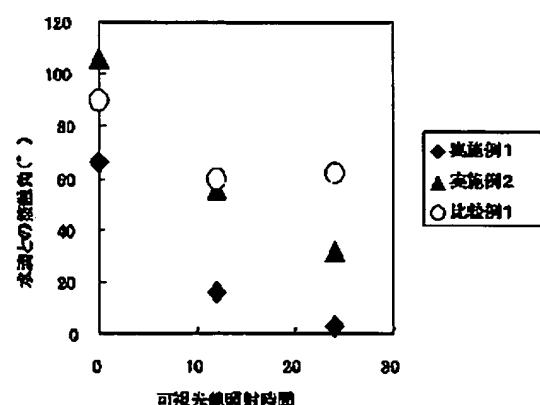
【図6】



【図3】



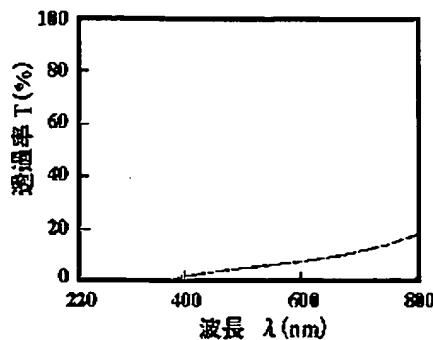
【図4】



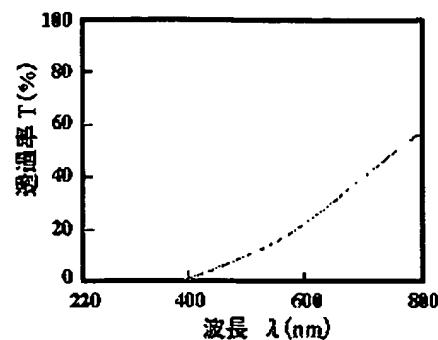
(12)

特開2003-96433

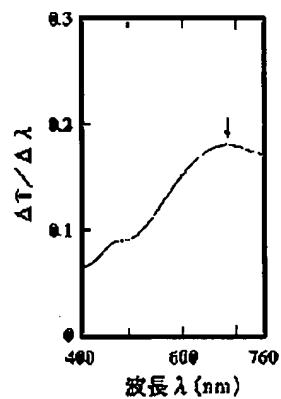
[図5]



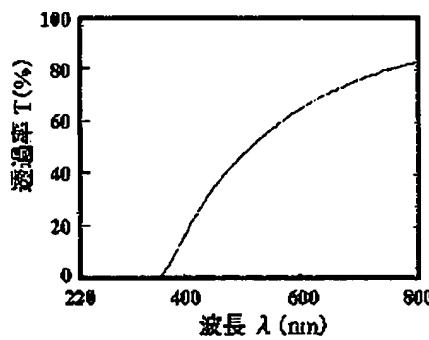
[図7]



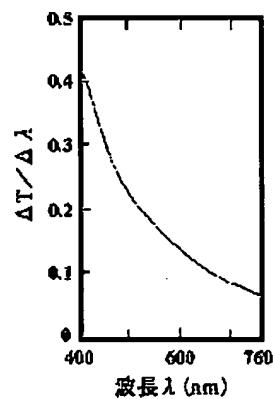
[図8]



[図9]



[図10]



フロントページの焼き

(51)Int.Cl.'
C09D 17/00

識別記号

F I
C09D 17/00

コード(参考)

(72)発明者 安東 博幸
愛媛県新居浜市忽閉町5番1号 住友化学
工業株式会社内

(13)

特開2003-96433

Fターム(参考) 4G059 AA02 AA05 BA04A BA04B
BA13A BA21C BA48A BB04A
BB04B BB09A BB11A BC17A
BC18A BC19A BC21A BC22A
BC23A BC25A BC31A BC32A
BC33A BC35A BC36A BC42A
BC43A BC50A BC51A BC52A
BC56A BC58A BC59A BC50A
BC50B BC62A BC65A BC57A
BC58A BC70A BC71A BC72A
BC73A BC74A BC75A BE08C
DA03 EA07 EC22X EC22Y
EC27 ED01 FC04
4J037 AA11 AA14 AA15 AA19 AA22
AA30 EE43 FF15 FF26
4J038 DM021 HA216 JA43 NA08
NA10 NA06 NA27 PC02 PC03
PC08